

BEST AVAILABLE COPY

日 本 国 特 許 庁
JAPAN PATENT OFFICE

K16-0505
KPC-311

別紙添付の書類に記載されている事項は下記の出願書類に記載されている事項と同一であることを証明する。

This is to certify that the annexed is a true copy of the following application as filed with this Office.

出 願 年 月 日 2 0 0 3 年 3 月 2 5 日
Date of Application:

出 願 番 号 特 願 2 0 0 3 - 0 8 2 0 2 7
Application Number:
[ST. 10/C] : [J P 2 0 0 3 - 0 8 2 0 2 7]

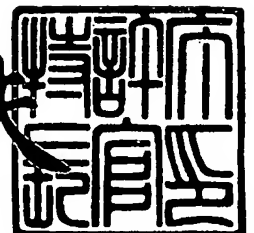
出 願 人 関 西 ペ イ ン ト 株 式 有 限 公 司
Applicant(s):

CERTIFIED COPY OF
PRIORITY DOCUMENT

2 0 0 4 年 1 月 2 1 日

特許庁長官
Commissioner,
Japan Patent Office

今 井 康 夫



【書類名】 特許願

【整理番号】 11078

【あて先】 特許庁長官 殿

【国際特許分類】 B05D

【発明者】

【住所又は居所】 神奈川県平塚市東八幡 4 丁目 1 7 番 1 号 関西ペイント
株式会社内

【氏名】 荻野 晋一

【特許出願人】

【識別番号】 000001409

【氏名又は名称】 関西ペイント株式会社

【代表者】 世羅 勝也

【手数料の表示】

【予納台帳番号】 000550

【納付金額】 21,000円

【提出物件の目録】

【物件名】 明細書 1

【物件名】 要約書 1

【プルーフの要否】 要

【書類名】 明細書

【発明の名称】 塗膜形成方法

【特許請求の範囲】

【請求項 1】 被塗面に、水性塗料を塗装し、乾燥させて塗膜を形成する方法において、塗着膜にマイクロ波を照射して予備乾燥させることを特徴とする塗膜形成方法。

【請求項 2】 マイクロ波を出力 20W～20KWで、10秒～600秒間照射するものである請求項 1 に記載の塗膜形成方法。

【請求項 3】 マイクロ波を照射して、塗着膜の固形分を 80%以上に制御する請求項 1 または 2 に記載の塗膜形成方法。

【請求項 4】 水性塗料が水性プライマー塗料あるいは水性中塗り塗料であって、被塗面に該水性プライマー塗料あるいは水性中塗り塗料を塗装し、その塗着膜にマイクロ波を照射して予備乾燥をし、次いで上塗り塗料を塗装する請求項 1 ないし 3 のいずれか 1 項に記載の塗膜形成方法。

【請求項 5】 水性塗料が電着塗料であって、被塗面に該電着塗料を塗装し、その塗着膜にマイクロ波を照射して予備乾燥をし、次いでプライマー塗料又は中塗り塗料を塗装する請求項 1 ないし 3 のいずれか 1 項に記載の塗膜形成方法。

【請求項 6】 水性塗料が着色顔料及び／又は光輝性顔料を含む熱硬化性水性上塗り塗料であって、被塗面に該熱硬化性水性上塗り塗料を塗装し、その塗着膜にマイクロ波を照射して予備乾燥をし、次いで熱硬化性クリヤー塗料を塗装した後、加熱乾燥を行い、両塗膜を同時に硬化させる請求項 1 ないし 3 のいずれか 1 項に記載の塗膜形成方法。

【請求項 7】 水性塗料が着色顔料及び／又は光輝性顔料を含む熱硬化性水性上塗り塗料であって、被塗面に該着色顔料及び／又は光輝性顔料を含む第 1 の熱硬化性水性上塗り塗料を塗装し、その塗着膜にマイクロ波を照射して予備乾燥をし、次いで着色顔料及び／又は光輝性顔料を含む第 2 の熱硬化性水性上塗り塗料を塗装し、その塗着膜にマイクロ波を照射して予備乾燥をし、さらに熱硬化性クリヤー塗料を塗装した後、加熱乾燥を行い、これら 3 層塗膜を同時に硬化させる請求項 1 ないし 3 のいずれか 1 項に記載の塗膜形成方法。

【請求項 8】 被塗面が、請求項 4 または 5 に記載の塗膜形成方法により得られた塗装板である請求項 6 または 7 に記載の塗膜形成方法。

【請求項 9】 請求項 1 ないし 8 のいずれか 1 項に記載の塗膜形成方法により得られる塗装物品。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】

【従来の技術及びその課題】

近年、塗料業界では、環境問題に配慮して、溶剤系塗料から水性塗料への移行が進められている。一般的に熱硬化型の水性塗料の加熱乾燥は、熱風乾燥装置を用いて 80～150℃の温度で長時間保持する、赤外線照射する等の方法により行われている。

【0002】

しかし、水は他の有機溶剤に比べて蒸発潜熱が大きいために乾燥が遅く、水性塗料の塗装においては、十分な乾燥時間を確保するために塗装ラインのラインスピードを遅くする、ライン長を長くする、あるいは熱風供給量や赤外線照射量を多くする等の対策を要している。

【0003】

一方、マイクロ波と呼ばれる周波数 300MHz～300GHz の高周波を照射する方法は、物質の加熱、乾燥に広く利用されている。特に水は誘電率が高いことから水性塗料の乾燥に有用であると考えられ、水性塗料の乾燥においてもマイクロ波照射を利用することは知られている。（非特許文献 1 等）。

【0004】

ところで、一般にマイクロ波照射による発熱量は、被照射物質の誘電損失係数に比例し、誘電損失係数は、被照射物質の温度の上昇と共に低減する傾向にある。従って、水性塗料による塗膜にマイクロ波を照射した場合、塗膜の温度が上昇するにつれて、塗膜の誘電損失係数の低下及び塗膜中の含水量の低下に伴い、発熱量が低下する現象が起こり、塗膜の乾燥・硬化に必要な熱量をマイクロ波照射のみで賄うことにも限界がある。特に高温（例えば 120℃以上）で硬化する塗

料系においては、硬化反応が進行しにくいことがあるのが現状である。

【0005】

本発明の目的は、水性塗料をマイクロ波により乾燥し、均一な塗膜を形成する方法、特にマイクロ波照射による予備乾燥を水性塗料による複層塗膜を形成する塗装工程に利用することにより、十分な予備乾燥で各層の混層を防ぎ、塗面の仕上がり性や平滑性を確保しつつトータルの乾燥時間を短く抑え、省設備、省エネルギー化を達成することにある。

【非特許文献1】 International Waterborne, High-solid, and Powder Coatings Symposium 予稿集 第481頁-495頁

【0006】

【課題を解決するための手段】

しかして、本発明は

1. 被塗面に、水性塗料を塗装し、乾燥させて塗膜を形成する方法において、塗着膜にマイクロ波を照射して予備乾燥させることを特徴とする塗膜形成方法、
2. マイクロ波を出力20W～20KWで、10秒～600秒間照射するものである1項に記載の塗膜形成方法、
3. マイクロ波を照射して、塗着膜の固形分を80%以上に制御する1項または2項に記載の塗膜形成方法、
4. 水性塗料が水性プライマー塗料あるいは水性中塗り塗料であって、被塗面に該水性プライマー塗料あるいは水性中塗り塗料を塗装し、その塗着膜にマイクロ波を照射して予備乾燥をし、次いで上塗り塗料を塗装する1項ないし3項のいずれか1項に記載の塗膜形成方法、
5. 水性塗料が電着塗料であって、被塗面に該電着塗料を塗装し、その塗着膜にマイクロ波を照射して予備乾燥をし、次いでプライマー塗料又は中塗り塗料を塗装する1項ないし3項のいずれか1項に記載の塗膜形成方法、
6. 水性塗料が着色顔料及び／又は光輝性顔料を含む熱硬化性水性上塗り塗料であって、被塗面に該熱硬化性水性上塗り塗料を塗装し、その塗着膜にマイクロ波を照射して予備乾燥をし、次いで熱硬化性クリヤー塗料を塗装した後、加熱乾燥を行い、両塗膜を同時に硬化させる1項ないし3項のいずれか1項に記載の塗

膜形成方法、

7. 水性塗料が着色顔料及び／又は光輝性顔料を含む熱硬化性水性上塗り塗料であって、被塗面に該着色顔料及び／又は光輝性顔料を含む第1の熱硬化性水性上塗り塗料を塗装し、その塗着膜にマイクロ波を照射して予備乾燥をし、次いで着色顔料及び／又は光輝性顔料を含む第2の熱硬化性水性上塗り塗料を塗装し、その塗着膜にマイクロ波を照射して予備乾燥をし、さらに熱硬化性クリヤー塗料を塗装した後、加熱乾燥を行い、これら3層塗膜を同時に硬化させる1項ないし3項のいずれか1項に記載の塗膜形成方法、

8. 被塗面が、4項または5項に記載の塗膜形成方法により得られた塗装板である6項または7項に記載の塗膜形成方法、

9. 1項ないし8項のいずれか1項に記載の塗膜形成方法により得られる塗装物品、
に関する。

【0007】

【発明の実施の形態】

本発明で使用されるマイクロ波を照射する装置としては、バッチ式オーブンやコンベアー式オーブン、移動式オーブン等が挙げられるが、被加熱部の材質、形状、寸法等により、適宜選択して使用される。発振されるマイクロ波が被加熱部に均一に照射できるものであれば装置の形状に何等左右されるものでない。また、必要に応じて、熱風供給、赤外線照射を併用してもよいし、バッチ式オーブンを減圧下で使用してもよい。

【0008】

本発明で使用される被塗面は、コンクリート面、モルタル面、スレート板、PC板、ALC板、セメント珪酸カルシウム板、コンクリートブロック面、木材、石材、プラスチック、金属等の基材面またはこれら基材上に設けられた塗膜面が挙げられる。

【0009】

本発明で使用される水性塗料は、水、または水を主体としてこれに水溶性有機溶媒等の有機溶媒を溶解してなる水-有機溶媒混合溶液等を媒体としたものであ

れば従来公知のものが制限なく使用でき、例えば、水性プライマー塗料、水性中塗り塗料、電着塗料、水性上塗り塗料等の常乾型又は加熱硬化型の水性塗料を挙げることができる。

【0010】

水性プライマー塗料としては、例えば、ポリウレタン樹脂、ポリエステル樹脂、エポキシ樹脂、アクリル樹脂、フッ素樹脂、塩化ビニル樹脂、重合性不飽和基を含有する樹脂及びこれらの変性樹脂等の1種又は2種以上の混合樹脂を用いた水性の塗料であって、該樹脂に必要な応じて中和剤、顔料、親水性溶剤、硬化剤、添加剤等を配合して常法により塗料化されたものが挙げられる。

【0011】

水性中塗り塗料としては、例えば、油長30%以下の短油、超短油アルキド樹脂又はオイルフリーポリエステル樹脂と、架橋剤としてのアミノ樹脂とをビヒクル主成分とする水性塗料が挙げられ、該樹脂に必要な応じて中和剤、顔料、親水性溶剤、硬化剤、添加剤等を配合して常法により塗料化されたものが挙げられる。該アミノ樹脂は、アルキル（炭素数1～5）エーテル化したメラミン樹脂、尿素樹脂、ベンゾグアナミン樹脂等が適している。上記アミノ樹脂をポリイソシアネート化合物やブロックポリイソシアネート化合物に代えてもよい。

【0012】

電着塗料としては、例えば、カチオン系であれば、有機酸又は無機酸で中和される塩基性の水分散性樹脂、例えば樹脂骨格中に多数のアミノ基を有するエポキシ系、アクリル系、ポリブタジエン系等の樹脂を用いた水性塗料、アニオン系であれば有機塩基又は無機塩基で中和される酸性の水分散性樹脂、例えば樹脂骨格中に多数のカルボキシル基を有するエポキシ系、アクリル系、ポリブタジエン系等の樹脂を用いた水性塗料が挙げられ、該樹脂に必要な応じて中和剤、顔料（着色顔料、体質顔料、防錆顔料等）、親水性溶剤、水、硬化剤、添加剤等を配合して常法により塗料化されたものが挙げられる。

【0013】

水性上塗り塗料としては、例えば着色顔料及び／又は光輝性顔料を含む熱硬化性水性上塗り塗料が挙げられ、水を主たる溶媒とし、水溶性もしくは水分散性熱

硬化型樹脂を含有するものである。水溶性もしくは水分散性熱硬化型樹脂としては、例えばアクリル樹脂、ポリエステル樹脂、ポリウレタン樹脂、さらにはブロックイソシアネート基含有ポリエステル樹脂、及びこれらの変性樹脂等が挙げられ、特に酸価 20～100 mg KOH/g、水酸基価 20～200 mg KOH/g を有するアクリル樹脂やポリエステル樹脂が好適である。該樹脂に必要な応じて中和剤、親水性溶剤、水、硬化剤、添加剤等を配合して常法により塗料化されたものが挙げられる。

【0014】

着色顔料としては、酸化チタン、亜鉛華、鉛白、塩基性硫酸鉛、硫酸鉛、リトポン、硫化亜鉛、アンチモン白等の白色顔料；カーボンブラック、アセチレンブラック、ランプブラック、ボーンブラック、黒鉛、鉄黒、アニリンブラック等の黒色顔料；ナフトールエロー S、ハンザエロー、ピグメントエロー L、ベンジジンエロー、パーマネントエロー等の黄色顔料；クロムオレンジ、クロムバーミリオン、パーマネントオレンジ等の橙色顔料；酸化鉄、アンバー等の褐色顔料；ベンガラ、鉛丹、パーマネントレッド、キナクリドン系赤顔料等の赤色顔料；コバルト紫、ファストバイオレット、メチルバイオレットレーキ等の紫色顔料、群青、紺青、コバルトブルー、フタロシアニンブルー、インジゴ等の青色顔料；クロムグリーン、ピグメントグリーン B、フタロシアニングリーン等の緑色顔料等が挙げられる。

【0015】

光輝性顔料としては、アルミニウム粉、ブロンズ粉、銅粉、錫粉、鉛粉、亜鉛末、リン化鉄、パール状金属コーティング雲母粉、マイカ状酸化鉄等が挙げられる。

【0016】

本発明方法は、上記水性塗料による塗着膜にマイクロ波を照射して予備乾燥をするものである。

【0017】

上記水性塗料の塗装方法としては、スプレー塗装、ローラー塗装、電着塗装等、従来の方法で行うことができ、塗装膜厚としては、乾燥／硬化後の膜厚が 10

0 μm 以下、好ましくは 5 μm ~ 100 μm の範囲となるように行う。

【0018】

本発明における予備乾燥の条件としては、該塗着面にマイクロ波を出力 20 W ~ 20 KW で、10 秒 ~ 600 秒間照射することが望ましい。

【0019】

また、予備乾燥後の上記水性塗料による塗着膜の固形分を 80 % 以上、好ましくは 85 % 以上に制御することが好適である。固形分が 80 % 未満では複層膜を形成した時に混層したり、ワキを生じたりして仕上りを低下させるので好ましくない。本発明における塗着膜の固形分とは、塗着膜をかきとったものを試料として、この試料を温度 25 $^{\circ}\text{C}$ にて恒量になるまで風乾し、塗着直後と恒量時の重量の差から算出したものである。

【0020】

本発明においては、塗着膜をマイクロ波照射により予備乾燥せしめた後は、該塗着膜を常温乾燥、強制乾燥、加熱乾燥、紫外線照射、赤外線照射のいずれか 1 種の方法、あるいは複数の方法の組み合わせにて乾燥、硬化を行うことができる。

【0021】

本発明においては、上記で説明したごとき水性塗料による塗着膜のマイクロ波による予備乾燥方法を利用して下記の塗膜形成方法を提供する。

【0022】

(I) 被塗面に上記水性プライマー塗料あるいは水性中塗り塗料を塗装し、その塗着膜にマイクロ波を照射して予備乾燥をし、次いで上塗り塗料を塗装する塗膜形成方法。

(II) 被塗面に上記電着塗料を塗装し、その塗着膜にマイクロ波を照射して予備乾燥をし、次いでプライマー塗料又は中塗り塗料を塗装する塗膜形成方法。

(III) 被塗面に上記熱硬化性水性上塗り塗料を塗装し、その塗着膜にマイクロ波を照射して予備乾燥をし、次いで熱硬化性クリヤー塗料を塗装した後、加熱乾燥を行い、両塗膜を同時に硬化させる塗膜形成方法。

(IV) 被塗面に着色顔料及び／又は光輝性顔料を含む第 1 の熱硬化性水性上塗

り塗料を塗装し、その塗着膜にマイクロ波を照射して予備乾燥をし、次いで着色顔料及び／又は光輝性顔料を含む第2の熱硬化性水性上塗り塗料を塗装し、その塗着膜にマイクロ波を照射して予備乾燥をし、さらに熱硬化性クリヤー塗料を塗装した後、加熱乾燥を行い、これら3層塗膜を同時に硬化させる塗膜形成方法。

【0023】

上記（I）の方法において、マイクロ波による予備乾燥塗着膜上に塗装される上塗り塗料としては、水系又は溶剤系のいずれであってもよく、また常乾型、加熱硬化型のいずれであってもよい。具体的には、アクリル樹脂、アミノ樹脂、アルキド樹脂、ポリエステル樹脂等の樹脂をビヒクル成分とするであって、必要に応じて中和剤、親水性溶剤、硬化剤、添加剤、顔料等を配合して常法により塗料化されたものが挙げられる。該上塗り塗料の乾燥は、これら塗料の組成や膜厚により適宜選択され、マイクロ波照射による予備乾燥を経由する方法、常温乾燥、強制乾燥及び加熱乾燥のいずれか1種の方法、あるいは複数の方法を組み合わせにて乾燥を行う方法が挙げられる。

【0024】

上記（II）の方法において、マイクロ波による予備乾燥塗着膜上に塗装されるプライマー塗料又は中塗り塗料は、水系又は溶剤系のいずれであってもよく、また常乾型、加熱硬化型のいずれであってもよい。特に本発明においては上記で説明したとき水性のプライマー塗料又は中塗り塗料が適している。また、該塗料による塗着膜の乾燥は、これら塗料の組成や膜厚により適宜選択され、マイクロ波照射による予備乾燥を経由する方法、常温乾燥、強制乾燥、加熱乾燥、紫外線照射、赤外線照射のいずれか1種の方法、あるいは複数の方法の組み合わせにて乾燥を行う方法が挙げられる。

【0025】

上記（III）及び（IV）の方法において、熱硬化性クリヤー塗料としては、基体樹脂、架橋剤等を含有し、さらに必要に応じて紫外線吸収剤、光安定剤等を配合してなる水性、溶剤系、または粉体の熱硬化性塗料であり、このクリヤー塗膜を透して下層塗膜を視認できる程度の透明性を有するものである。本発明においては、両塗膜の付着性向上、及び仕上り性の観点から、上記着色顔料及び／又は

光輝性顔料を含む熱硬化性水性塗料を予備乾燥せしめた後、未硬化のままで熱硬化性クリヤー塗料を塗装し、加熱乾燥して両塗膜を同時に硬化させることが好適である。また、熱硬化性クリヤー塗料が水性塗料である場合には、熱硬化性クリヤー塗料を塗装した後、加熱乾燥を行う前にマイクロ波を照射による予備乾燥を行うことによりさらに乾燥時間の節約ができる。

【0026】

上記方法（IV）において、第1の熱硬化性水性上塗り塗料と第2の熱硬化性水性上塗り塗料の組合わせとして具体的には、例えば、第1の熱硬化性水性塗料として着色顔料を有する熱硬化性水性上塗り塗料を、第2の熱硬化性水性塗料として光輝性顔料を有する熱硬化性水性上塗り塗料の組合わせを挙げることができる。第1、第2の熱硬化型水性上塗り塗料の塗装、予備乾燥乾燥を各々行った後、上記熱硬化性クリヤー塗料を塗装し、加熱乾燥を行い、これら3層塗膜を同時に硬化させる。このようにすることにより、下層がソリッドベース、中間層がメタリックベース、上層がクリヤー塗膜である複層塗膜が形成され、配向性、緻密感、光輝感等のすぐれた3コート1ベイク方式による複層メタリック塗膜を短時間で得ることができる。

【0027】

本発明においては上記（I）から（IV）で述べた塗装工程をさらに組合わせることにより、効果的に乾燥時間や消費電力を節約できる。

【0028】

【実施例】

以下、実施例を挙げて本発明をさらに詳細に説明する。なお、「部」及び「%」は、別記しない限り「重量部」及び「重量%」を示し、塗膜の膜厚は硬化塗膜についてである。

【0029】

試料の調製

（1）水性プライマー塗料（A-1）

「ハードレンEH-202」（東洋化成工業社製、無水マレイン酸変性塩素化ポリプロピレン系水性エマルション、固形分20%）

(2) 水性中塗り塗料 (A-2)

ポリエステル樹脂 (注1) 100部 (固形分量として)、ジメチルアミノエタノール (注2) 4部、脂肪族系6官能型ブロックポリイソシアネート化合物 (注3) 41部、チタン白顔料 (注4) 140部及びカーボンブラック (注5) 2部を脱イオン水430部に混合分散して得られた、固形分40%の水性中塗り塗料。

(注1) ポリエステル樹脂: ネオペンチルグリコール756部、トリメチロールプロパン109部、ヘキサヒドロフタル酸370部、アジピン酸292部およびイソフタル酸398部を反応容器に入れ、220℃で6時間反応させた後、無水トリメリット酸45部を添加し、170℃で30分反応させて得られた、数平均分子量約8,000、酸価20mg KOH/g、水酸基価95mg KOH/gのポリエステル樹脂。

(注2) ジメチルアミノエタノール: 日本乳化剤 (株) 製、「アミノアルコール 2 M a b s」

(注3) 脂肪族系6官能型ブロックポリイソシアネート化合物: ヘキサメチレンジイソシアネートの3量体のアダクト物をメチルエチルケトオキシムと反応させて得られた化合物

(注4) チタン白顔料: 「テイカ」R806 (テイカ社製)

(注5) カーボンブラック: 「三菱カーボンブラックM-100」 (三菱化学社製)。

【0030】

(3) カチオン電着塗料 (B)

「エレクトロン#9400」 (関西ペイント社製、ポリアミド変性エポキシ樹脂を基体樹脂とし、ブロックイソシアネート硬化剤を含有するカチオン電着塗料)

(4) 熱硬化性水性上塗り塗料

着色顔料を含む熱硬化性水性上塗り塗料 (C-1)

固形分50%のアクリル樹脂中和溶液 (注6) 140部、「サイメル370」 (三井サイテック社製、88%水溶性メラミン樹脂溶液) 34部、チタン白55部及びカーボンブラック2部を脱イオン水に混合分散し、固形分35%、粘度35秒 (フォードカップ#4、20℃) に調整した熱硬化性水性上塗り塗料。

(注6) メタクリル酸メチル 30部、アクリル酸エチル 23部、アクリル酸ブチル 30部、メタクリル酸ヒドロキシエチル 12部、アクリル酸 5部を重合してなる、酸価 40 mg KOH/g、水酸基価 52 mg KOH/g、数平均分子量約 10,000 のアクリル樹脂溶液 (固形分 60%) にジメチルアミノエタノールを加えて中和し、次いでイソプロピルアルコールで固形分 50% に希釈して得られたアクリル樹脂中和溶液。

【0031】

光輝性顔料を含む熱硬化性水性上塗り塗料 (C-2)

固形分 50% のアクリル樹脂中和溶液 (注6) 100部、固形分 50% のポリエステル樹脂中和溶液 (注8) 100部、固形分 20% のアクリルエマルション (注9) 500部、「サイメル 370」38部及び「アルミペースト 891K」 (東洋アルミニウム社製) 25部を混合し、脱イオン水で固形分 25%、粘度 45 秒 (フォードカップ #4、20℃) に調整して得られた熱硬化性水性メタリック塗料。

(注8) ネオペンチルグリコール 351部、トリメチロールプロパン 196部、無水フタル酸 283部及びアジピン酸 349部を反応容器に入れ、220℃で6時間反応させた後、無水トリメリット酸 28部を添加して更に 170℃で30分反応させ、その後ブチルセロソルブを加えて、酸価 40 mg KOH/g、数平均分子量約 6,000 のポリエステル樹脂溶液 (固形分 70%) を作成し、この溶液にジメチルアミノエタノールを加えて中和し、次いでイソプロピルアルコールで固形分 50% に希釈して得られたポリエステル樹脂中和溶液

(注9) 脱イオン水 140部、30% 「Newcol 707SF」 (日本乳化剤社製、界面活性剤) 2.5部及び単量体混合物 A (メタクリル酸メチル 55部、スチレン 8部、アクリル酸ブチル 9部、アクリル酸ヒドロキシエチル 5部、1,6-ヘキサジオールジアクリレート 2部及びメタクリル酸 1部) 1部を加え、窒素ガス気流中で混合攪拌し、60℃に加熱し、3%過硫酸アンモニウム水溶液 3部を加えた。ついで温度 80℃に上昇させた後、単量体混合物 A 79部、「Newcol 707SF」 2.5部、3%過硫酸アンモニウム水溶液 4部及び脱イオン水 50部からなる単量体乳化物を 4時間かけて反応容器に加えた。その

後1時間熟成を行った。さらに80℃で単量体混合物B（メタクリル酸メチル5部、アクリル酸ブチル7部、アクリル酸2-エチルヘキシル5部、メタクリル酸3部及び「Newcol 707SF」0.5部）20.5部と3%過硫酸アンモニウム水溶液4部を同時に1.5時間かけて反応容器に滴下した。その後1時間熟成し、脱イオン水30部で希釈した。この濾過液に脱イオン水を加え、ジメチルアミノエタノールでpH7.5に調整し、固形分20%のアクリルエマルションを得た。

【0032】

(5) 熱硬化性クリヤー塗料 (D)

アクリル樹脂溶液（注10）57部、アクリル樹脂非水分散液（注11）50部、「サイメル303」（三井サイテック社製、モノメリックメラミン樹脂）30部、25%ドデシルベンゼンスルホン酸溶液4部及び「BYK-300」（日本ビックケミー社製、表面調整剤）0.5部を、「スワゾール#1000」（コスモ石油社製、芳香族炭化水素系溶剤）で粘度30秒（フォードカップ#4、20℃）、固形分55%に調整して得られた熱硬化性クリヤー塗料。

（注10）スチレン30部、アクリル酸ブチル35部、アクリル酸2-エチルヘキシル10部およびアクリル酸ヒドロキシエチル25部を重合させて得られた、水酸基価120mg KOH/g、数平均分子量6,000、固形分70%のアクリル樹脂溶液

（注11）反応容器に「ユーバン28-60」（三井化学社製、60%メラミン樹脂溶液）58部、n-ヘプタン30部及びベンゾイルパーオキシド0.15部を仕込み、95℃に加熱後、スチレン15部、アクリロニトリル9部、メタクリル酸メチル13部、アクリル酸メチル15部、アクリル酸ブチル1.8部、メタクリル酸ヒドロキシエチル10部、アクリル酸1.2部、ベンゾイルパーオキシド0.5部、n-ブタノール5部、「シェルゾール140」（シェル石油社製）30部及びn-ヘプタン9部からなる混合物を3時間かけて滴下した。1時間熟成後、t-ブチルパーオクトエート0.65部、「シェルゾール140」3.5部を1時間かけて滴下した、95℃にし2時間攪拌を続けた後、減圧して溶剤を除去して得られた、固形分60%、ワニス粘度A（ガードナー気泡粘度）のアク

リル樹脂非水分散液。

【0033】

塗板の作成

本実施例において使用したマイクロ波の周波数はすべて 2.45GHz である。

【0034】

実施例 1

洗浄、脱脂したポリプロピレン板（縦 20cm、横 15cm、厚さ 0.5cm）に水性プライマー塗料（A-1）を乾燥膜厚で 7 μ m になるようにスプレー塗装し、出力 300W のマイクロ波を 2 分照射して予備乾燥を行った。予備乾燥後の（B-1）塗着膜の固形分は 95% であった。さらに予備乾燥後の（A-1）塗面上に、上塗り塗料として「レタン PG2K」（関西ペイント株式会社製、アクリルウレタン系溶剤系塗料）を 30 μ m 塗装し、60℃-30 分加熱乾燥させた。得られた塗装板は平滑性、付着性の良好なものであった。

実施例 2

りん酸亜鉛処理鋼板（縦 20cm、横 15cm、厚さ 0.1cm）にカチオン電着塗料（B）を 25 μ m 電着塗装し、出力 500W のマイクロ波を 1 分照射して予備乾燥を行った。予備乾燥後のカチオン電着塗料（B）塗着膜の固形分は 95% であった。次にこの予備乾燥後の（B）塗面上に水性中塗り塗料（A-2）を 30 μ m 塗装し、出力 500W のマイクロ波を 1 分照射して予備乾燥を行った。予備乾燥後の水性中塗り塗料（A-2）部分の塗着膜の固形分は 90% であった。さらに、170℃-20 分加熱乾燥してカチオン電着塗料（B）および水性中塗り塗料（A-2）の両塗膜を同時に架橋硬化させ、塗装板（E-1）を得た。

【0035】

実施例 3

実施例 2 で得た塗装板（E-1）に、光輝性顔料を含む熱硬化性水性上塗り塗料（C-2）をさらに 20 μ m 塗装し、出力 500W のマイクロ波を 2 分照射して予備乾燥を行った。予備乾燥後の熱硬化性水性上塗り塗料（C-2）塗着膜の固形分は 88% であった。次にこの予備乾燥後の熱硬化性水性上塗り塗料（C-2

）塗面上に熱硬化性クリヤー塗料（D）を $35\ \mu\text{m}$ 塗装し、 $170^\circ\text{C}-30$ 分加熱乾燥して熱硬化性水性上塗り塗料（C-2）および熱硬化性クリヤー塗料（D）の両塗膜を同時に架橋硬化させ、平滑性、仕上り性、付着性、メタリック感の良好な塗装板（F-1）を得た。

【0036】

実施例 4

実施例 2 で得た塗装板（E-1）に、着色顔料含有熱硬化性水性上塗り塗料（C-1）を $30\ \mu\text{m}$ 塗装し、出力 500W のマイクロ波を 1 分照射して予備乾燥を行い、予備乾燥を行った。予備乾燥後の熱硬化性水性上塗り塗料（C-1）塗着膜の固形分は 90% であった。次にこの予備乾燥後の着色顔料を含有する熱硬化性水性上塗り塗料（C-1）塗面上に光輝性顔料を含有する熱硬化性水性上塗り塗料（C-2）を $20\ \mu\text{m}$ 塗装し、出力 500W のマイクロ波を 2 分照射して予備乾燥を行った。予備乾燥後の熱硬化性水性上塗り塗料（C-2）部分の塗着膜の固形分は 93% であった。さらにこの予備乾燥後の光輝性顔料を含有する熱硬化性水性上塗り塗料（C-2）塗面上に熱硬化性クリヤー塗料（D）を $35\ \mu\text{m}$ 塗装し、 $170^\circ\text{C}-30$ 分加熱して着色顔料を有する熱硬化性水性上塗り塗料（C-1）、光輝性顔料を有する熱硬化性水性上塗り塗料（C-2）および熱硬化性クリヤー塗料（D）からなる 3 層塗膜を同時に架橋硬化させ、平滑性、仕上り性、付着性、メタリック感の良好な塗装板（G-1）を得た。

【0037】

比較例 1

実施例 1 において、水性プライマー塗料（A-1）塗装後のマイクロ波予備乾燥工程を $60^\circ\text{C}-2$ 分の通常加熱乾燥に変更したところ、水性プライマー塗料（B-1）塗着膜の固形分は 40% であった。さらに実施例 1 と同様の手順で上塗り塗料として「レタン PG2K」（関西ペイント株式会社製、アクリルウレタン系塗料）を $30\ \mu\text{m}$ 塗装し、 $60^\circ\text{C}-30$ 分加熱乾燥させたが、水性プライマー塗料の乾燥が不十分であったため、塗面の平滑性が著しく劣った。

比較例 2

実施例 1 において、水性プライマー塗料（A-1）塗装後のマイクロ波予備乾燥

工程を 60℃-20 分の通常加熱乾燥に変更したところ、水性プライマー塗料（B-1）塗着膜の固形分は 92% であった。さらに実施例 1 と同様の手順で上塗り塗料として「レタン PG2K」（関西ペイント株式会社製、アクリルウレタン系塗料）を 30 μ m 塗装し、60℃-30 分乾燥させた。塗面平滑性に問題はないが、実施例 1 と比較して工程時間が 18 分長かった。

【0038】

比較例 3

実施例 1 において、水性プライマー塗料（A-1）を溶剤系プライマー「ソフレックス 3200」（関西ペイント社製、塩素化ポリプロピレン系、固形分 25% に調整済）に変更し、乾燥膜厚で 7 μ m になるようにスプレー塗装し、出力 300 W のマイクロ波を 2 分照射して予備乾燥を行ったが、塗着膜の固形分は 45% であり、水性プライマー塗料を使用した実施例 1 の場合と比較してマイクロ波による予備乾燥効率は低かった。さらに実施例 1 と同様の手順で上塗り塗料として「レタン PG2K」を 30 μ m 塗装し、60℃-30 分加熱乾燥させたが、プライマー塗料の乾燥が不十分であったため、塗面の平滑性が著しく劣った。

比較例 4

実施例 2 において、カチオン電着塗料（A）、および水性中塗り塗料（B-2）塗装後のマイクロ波予備乾燥工程を通常加熱に変更した以外は実施例 2 と同じ手順で塗装を行い、塗装板（E-2）を得た。カチオン電着塗料（A）塗装後の通常加熱による予備乾燥工程で（A）塗着膜の固形分を 95% とするためには 100℃-5 分必要であり、水性中塗り塗料（B-2）塗装後に、カチオン電着塗料（A）と水性中塗り塗料（B-2）の両塗膜を同時に架橋硬化させるためには、水性中塗り塗料（B-2）の予備乾燥なしで 170℃-30 分の加熱が必要であった。よって、実施例 2 と比較して工程時間が 14 分長かった。

【0039】

比較例 5

実施例 3 において、熱硬化性水性塗料（C-2）塗装後のマイクロ波予備乾燥工程を通常加熱に変更した以外は実施例 3 と同じ手順で塗装を行い塗装板（F-2）を得た。熱硬化性水性塗料（C-2）塗装後の通常加熱による予備乾燥工程で

(C-2) 塗着膜の固形分を 88% とするためには 100℃-10 分必要であった。よって、実施例 3 と比較して工程時間が 8 分長かった。

比較例 6

実施例 4 において、熱硬化性水性塗料 (C-1) および熱硬化性水性塗料 (C-2) 塗装後のマイクロ波予備乾燥工程を通常加熱に変更した以外は実施例 4 と同じ手順で塗装を行い、塗装板 (G-2) を得た。熱硬化性水性塗料 (C-1) 塗装後の通常加熱による予備乾燥工程で熱硬化性水性塗料 (C-1) 塗着膜の固形分を 90% とするためには 100℃-10 分必要であり、熱硬化性水性塗料 (C-2) 塗装後の通常加熱による予備乾燥工程で熱硬化性水性塗料 (C-2) 部分の塗着膜の固形分を 93% とするためには 100℃-11 分必要であった。よって、実施例 4 と比較して工程時間が 18 分長かった。

【0040】

【発明の効果】

本発明によれば、水性塗料をマイクロ波により予備乾燥することにより誘電率の大きい水が選択的に加熱されるので、予備乾燥時間が節約でき、最終的に均一な塗膜を形成することができる。特に水性塗料による複層塗膜を形成する方法において、マイクロ波を利用することにより、十分な予備乾燥で各層の混層を防ぎ、塗面の仕上り性や平滑性を確保しつつトータルの乾燥時間を短く抑え、省設備、省エネルギーを達成することができる。

【書類名】 要約書

【要約】

【目的】

水性塗料を乾燥させる方法において、塗面の仕上り性や平滑性を確保しつつトータルの乾燥時間を短く抑え、省設備、省エネルギー化を達成する。

【解決手段】

被塗面に、水性塗料を塗装し、乾燥させて塗膜を形成する方法において、塗着膜にマイクロ波を照射して予備乾燥させることを特徴とする塗膜形成方法。

マイクロ波を出力 2 0 W ~ 2 0 K W で、1 0 秒 ~ 6 0 0 秒間照射することが望ましい。予備乾燥後の塗着膜の固形分が 8 0 % 以上であることが好適である。

【選択図】 なし。

認定・付加情報

特許出願の番号	特願 2 0 0 3 - 0 8 2 0 2 7
受付番号	5 0 3 0 0 4 7 8 5 0 6
書類名	特許願
担当官	第四担当上席 0 0 9 3
作成日	平成 1 5 年 3 月 2 6 日

< 認定情報・付加情報 >

【提出日】	平成 15 年 3 月 25 日
-------	------------------

次頁無

特願 2 0 0 3 - 0 8 2 0 2 7

出 願 人 履 歴 情 報

識別番号 [0 0 0 0 0 1 4 0 9]

1. 変更年月日	1 9 9 0 年 8 月 9 日
[変更理由]	新規登録
住 所	兵庫県尼崎市神崎町 3 3 番 1 号
氏 名	関西ペイント株式会社